

## PEMBUATAN DAN KARAKTERISASI MEMBRAN KOMPOSIT POLISULFON SELULOSA ASETAT UNTUK PROSES ULTRAFILTRASI

### PREPARATION AND CHARACTERISATION OF POLYSULFONE-CELLULOSE ACETATE COMPOSITE MEMBRANES USED IN ULTRAFILTRATION

Oleh : Heru Pratomo Al.

Jurusan Pendidikan Kimia FMIPA UNY, Karangmalang Yogyakarta, 55281

#### Abstrak

Proses ultrafiltrasi menggunakan membran, akhir-akhir ini berkembang dengan pesat dalam penerapannya. Penelitian ini terutama bertujuan untuk membuat membran komposit polisulfon-selulosa asetat, dan mengkarakterisasi sifat-sifatnya agar diperoleh kinerja yang memenuhi syarat untuk proses ultrafiltrasi. Membran komposit polisulfon – selulosa asetat dibuat secara manual berdasarkan teknik *coating* diikuti dengan proses rendam endap. Melalui penelitian ini berhasil dibuat membran komposit berpendukung, dengan pendukung kain poliester, polisulfon sebagai lapisan berpori dan selulosa asetat sebagai lapisan aktif. Pemakaian membran ini untuk proses ultrafiltrasi pada tekanan 2 atmosfer menunjukkan kinerja yang sangat baik, dengan fluks menurun tetapi rejeksinya meningkat sesuai dengan bertambahnya konsentrasi selulosa asetat sebagai lapisan aktif. Sesuai dengan kriterianya, dapat disimpulkan bahwa membran ini memenuhi syarat untuk proses ultrafiltrasi.

**Kata kunci :** membran komposit berpendukung, polisulfon-selulosa asetat

#### Abstract

*The use of membrane for ultra filtration nowadays has increased in its applications. The objectives of this research are to prepare and characterize the polysulfone-cellulose acetate composite membranes were to obtain the performance in ultra filtration process. The polysulfone-cellulose acetate composite membranes were prepared with coating and then immersed technique. In this research the supported composite membranes were successfully prepared. These consisted of three layers, namely polyester as the support layer, polysulfone as the porous layer and cellulose acetate as the active layer. The use in ultra filtration process at pressure of two atmospheres showed that membranes had a very good performance. In the increase of cellulose acetate concentration as active layer the flux of membranes decrease, but the rejection increase. With these criteria, these membranes were found to fulfill the ultra filtration process.*

**Keyword :** support composite membranes, polysulfone-cellulose acetate

#### PENDAHULUAN

Salah satu teknik yang banyak dipergunakan dalam proses pemisahan adalah teknologi membran. Pemilihan terhadap teknik ini, karena berbagai sifat membran yang menguntungkan dan dapat dipergunakan luas untuk berbagai proses pemisahan. Keuntungan dalam penggunaan teknologi membran terletak pada beberapa hal, antara lain : sederhana dalam

proses pemisahannya, dapat berlangsung pada suhu kamar, sifatnya yang tidak destruktif sehingga tidak menimbulkan perubahan (degradasi) dari zat yang dipisahkan baik secara fisis maupun kimia. Selain daripada itu membran juga memiliki beberapa kelebihan dalam proses pemisahan, yaitu pemisahan dapat berjalan secara sinambung serta tidak terlalu banyak membutuhkan energi (Mulder, 1996),



Proses membran dapat dikombinasikan dengan proses pemisahan lainnya, dan dalam kondisi yang mudah serta tidak perlu memerlukan tambahan zat lain.

Membran merupakan suatu lapisan tipis antara dua fasa fluida yang bersifat penghalang (*barrier*) terhadap suatu spesi tertentu, yang dapat memisahkan zat dengan ukuran berbeda, serta membatasi transport dari berbagai spesi berdasarkan sifat fisik dan kimianya. Proses pemisahan dengan membran dapat terjadi karena adanya perbedaan ukuran pori, bentuk, serta struktur kimianya. Membran demikian biasa disebut sebagai membran semipermeabel, artinya dapat menahan spesi tertentu, tetapi dapat me-lawatkan spesi yang lainnya. Fasa campuran yang akan dipisahkan disebut umpan (*feed*), dan fasa hasil pemisahan disebut permeat (*permeate*). Sifat-sifat membran perlu dikarakterisasi, yang meliputi efisiensi serta mikrostrukturnya.

Efisiensi membran ditentukan oleh permeabilitas dan permselektivitasnya. Permeabilitas merupakan ukuran kecepatan dari suatu spesi untuk melewati membran. Sifat ini dipengaruhi oleh jumlah dan ukuran pori, tekanan yang diberikan, serta ketebalan membran. Permeabilitas dinyatakan sebagai suatu besaran fluks dan dilambangkan dengan  $J$ , yang didefinisikan sebagai jumlah volum permeat yang melewati satu satuan luas membran dalam satuan waktu tertentu dengan adanya gaya penggerak berupa tekanan.

$$\text{Fluks} = \frac{\text{jumlah volim permeat}}{\text{luas membran} \times \text{waktu} \times \text{tekanan}} \quad (1)$$

Jadi membran yang baik akan memiliki selektivitas dan permeabilitas yang tinggi.

Permselektivitas membran diukur dengan menentukan koefisien rejeksinya, yaitu kemampuan membran untuk menahan partikel terlarut, sementara pelarutnya melewati membran. Permselektivitas dapat digunakan untuk mengetahui kemampuan membran dalam menahan atau melewatkan suatu partikel. Permselektivitas dinyatakan sebagai koefisien

rejeksi, dilambangkan dengan  $R$ , yaitu fraksi konsentrasi zat yang tertahan oleh membran.

$$R = \left( 1 - \frac{C_p}{C_f} \right) \times 100\% \quad (2)$$

Keterangan :

$R$  = koefisien rejeksi

$C_p$  = konsentrasi partikel dalam permeat

$C_f$  = konsentrasi partikel dalam umpan

Karakterisasi sifat mekanik perlu dilakukan untuk mengetahui kekuatan membran terhadap gaya yang berasal dari luar yang dapat merusak membran. Semakin rapat struktur membran, berarti jarak antar molekul dalam membran semakin rapat sehingga mempunyai kekuatan tarik dan daya jebol yang besar. Untuk mengetahui morfologi membran, digunakan alat *Scanning Elektron Microscope* (SEM), yang dapat memberikan informasi mengenai struktur permukaan dan penampang lintang. Dengan SEM juga dapat diperoleh data mengenai ukuran porinya, sehingga dari hasil ini dapat ditentukan standar keseragaman struktur membran yang akan digunakan.

Ultrafiltrasi, yaitu proses yang pada dasarnya sama dengan mikrofiltrasi tetapi berbeda dalam hal ukuran pori membran. Membran ultrafiltrasi memiliki ukuran pori yang lebih kecil daripada membran mikrofiltrasi, sehingga dapat menahan partikel-partikel yang lebih kecil. Sampai sekarang banyak digunakan dalam industri untuk memisahkan suatu larutan cair, dan akhir-akhir ini sudah mulai dicoba untuk larutan non-cair. Ultrafiltrasi sering digunakan untuk fraksionasi makromolekul, serta dalam industri makanan, farmasi, tekstil, metalurgi, kertas dan kulit.

Membran komposit selulosa asetat untuk proses osmosis balik yang dibuat oleh Riley (Riley et. al., 1971), ternyata mempunyai efektivitas pemisahan dan kinerja yang baik untuk proses desalinasi air laut. Membran komposit terdiri dari dua atau lebih material yang berbeda. Teknik pembuatan membran komposit dilakukan dengan cara melapiskan suatu lapisan polimer tertentu di atas suatu lapisan lain yang berpori dari jenis polimer yang lain. Salah satu material digunakan sebagai bahan untuk membentuk membran berpori,



sedangkan material yang lain digunakan sebagai lapisan atas, yaitu lapisan aktif dengan ukuran pori yang berukuran lebih rapat.

Polisulfon merupakan suatu polimer yang memiliki berat molekul besar, mengandung gugus sulfonat dan inti benzena dalam suatu rantai polimer utama. Polisulfon memiliki sifat yang keras, rigid, termoplastis dengan temperatur transisi gelas ( $T_g$ ) antara  $180^0 - 250^0\text{C}$ . Rigiditas rantai secara relatif dapat diturunkan dari ketidak lenturan dan keimobilitan gugus fenil dan  $\text{SO}_2$ , sedangkan kekerasannya muncul karena adanya gugus eter. Penelitian mengenai membran polisulfon asimetrik pada dasarnya ditujukan untuk memperoleh keanekaragaman aplikasi membran untuk proses ultrafiltrasi dan osmosis balik. Beberapa parameter yang harus diperhatikan pada proses pembuatan membran ini (Kesting, 1984) adalah : komposisi polisulfon dan pelarut dimetilasetamida (DMAc) dalam larutan cetak, temperatur larutan cetak, temperatur medium koagulasi, serta waktu evaporasi selama proses pembentukan film.

Pemilihan polisulfon, disamping karena polimer jenis ini mempunyai kualitas mekanis dan kestabilan kimia yang cukup baik, juga memiliki pori yang relatif besar sehingga fluks airnya juga besar (Kutowy and Sourirajan, 1975). Sementara itu, dipilihnya selulosa asetat sebagai komponen pelapis karena membran ini menunjukkan kinerja yang baik untuk proses pemisahan ion-ion secara osmosis balik (Wang et. al., 1994). Menurut Zendy (1997) membran selulosa asetat tanpa lapisan pendukung poliester memiliki kekuatan tarik dan daya jebolnya yang lebih rendah daripada membran selulosa asetat berpendukung. Disamping itu membran selulosa asetat dengan lapisan pendukung juga memiliki permeabilitas yang lebih baik jika dibandingkan dengan membran selulosa asetat yang tak berpendukung.

Berdasarkan alasan di atas, maka dalam penelitian ini dilakukan pembuatan membran komposit polisulfon-selulosa asetat untuk proses ultrafiltrasi, selain itu juga dilakukan uji kualitas membran. Untuk menambah kekuatan membran digunakan bahan pendukung (*support*) berupa kain poliester. Lapisan kain ini tidak akan

merubah struktur membran, tetapi hanya bersifat sebagai penyangga yang dapat memperkuat membran secara mekanik.

## CARA PENELITIAN

Alat penelitian yang dipergunakan, antara lain : Peralatan gelas yang umum digunakan di laboratorium kimia, pengaduk magnet, sel ultrafiltrasi, *stopwatch*, *Scanning Electron Microscope*, serta peralatan membuat membran yang terdiri dari meja horizontal, pelat kaca, selotip, batang silinder *stainless steel*, bak koagulasi, dan cetakan membran.

Bahan penelitian meliputi bahan utama dan bahan pembantu, antara lain : Kain poliester, polisulfon (PSf), N,N-dimetilasetamida (DMAc), polietilenglikol (PEG), selulosa asetat (CA), aseton, formamida, dan dekstran

Data diperoleh melalui tahapan : pembuatan membran dan karakterisasi membran, yang selengkapnya diuraikan di bawah ini.

### 1. Pembuatan Membran.

- Polisulfon (PSf) dilarutkan dalam DMAc dan ditambahkan PEG, dengan perbandingan berat PSf : DMAc : PEG = 16 : 68 : 16.
- Larutan diaduk dengan pengaduk magnet selama 10-20 jam dalam erlenmeyer tertutup, lalu didiamkan antara 3 - 4 jam untuk menghilangkan gelembung udara.
- Selulosa asetat (CA) dilarutkan dalam aseton kemudian ditambah formamida, dengan variasi perbandingan berat CA : aseton : formamida = 17-21 : 56 : 27-23.
- Disiapkan alat pencetak membran, poliester dihamparkan di atas kaca, kemudian diselotape dengan ketebalan tertentu.
- Dope* PSf dicetak dengan alat pencetak yang disediakan. Polisulfon yang sudah tercetak didiamkan di udara selama  $\pm 30$  menit, selanjutnya *dope* CA dicetak di atasnya, dan segera dikoagulasikan dalam bak koagulasi yang berisi air.
- Membran yang sudah terkoagulasi dicuci berulang-ulang menggunakan air mengalir untuk menghilangkan sisa pelarutnya.

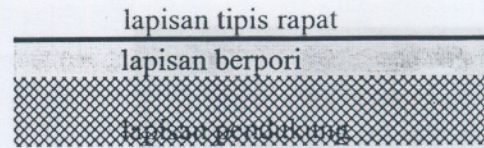


- g. Membran komposit berpendukung poliester ini, dipotong sesuai ukuran sel ultrafiltrasi, selanjutnya disimpan dalam larutan natrium azida 0,1%.
2. Karakterisasi Membran
- Membran komposit yang telah dibuat diukur ketebalannya dengan menggunakan mikrometer.
  - Dilakukan uji fluks terhadap air menggunakan sel ultrafiltrasi pada tekanan 2 atmosfer
  - Dilakukan uji fluks terhadap larutan dekstran 0,1 %, kemudian dilanjutkan pengukuran koefisien rejeksi dekstran..
  - Pengamatan morfologi membran dengan alat SEM model JSM 35C.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Membran komposit berpendukung dibuat dengan cara mencetak *dope* polisulfon di atas kain polyester. *Dope* polisulfon dibuat dengan melarutkan polisulfon sebagai polimer pembentuk membran yang berbentuk granular dalam DMAc sebagai pelarut dan ditambahkan PEG sebagai zat aditif yang berfungsi sebagai pembentuk pori. Selanjutnya *dope* selulosa asetat dicetak langsung di atas polisulfon sebagai lapisan aktif. *Dope* selulosa asetat ini, dibuat dari serbuk selulosa asetat sebagai bahan polimer pembentuk membran yang dilarutkan dalam aseton, dan ditambahkan formamida yang berfungsi sebagai pembentuk pori. Ketebalan masing-masing komponen penyusun membran adalah : lapisan poliester  $\pm 0,24$  mm, lapisan polisulfon  $\pm 0,04$  mm, dan lapisan selulosa asetat tebalnya  $\pm 0,03$  mm. Jadi ketebalan total dari membran komposit berpendukung tersebut  $\pm 0,30$  mm.

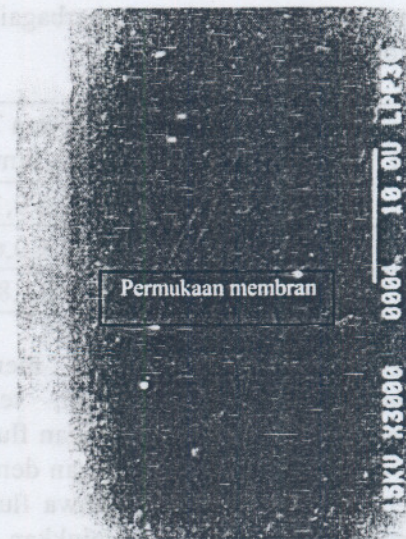
Membran komposit berpendukung yang dihasilkan ini berupa membran asimetrik, terdiri dari lapisan aktif dari selulosa asetat, lapisan berpori dari polisulfon, dan lapisan pendukung dari kain poliester.



Gambar 1. Penampang lintang membran komposit berpendukung

Morfologi atau mikrostruktur membran ini diamati dengan *Scanning Electron Microscope* (SEM). Dengan SEM dapat diamati pori-pori di permukaan membran serta penampang lintangnya. Hampir semua membran ini memiliki permukaan dengan pori-pori yang sangat rapat, sehingga ukuran pori tidak dapat diukur. Hasil pemotretan permukaan membran dapat dilihat pada Gambar 2.

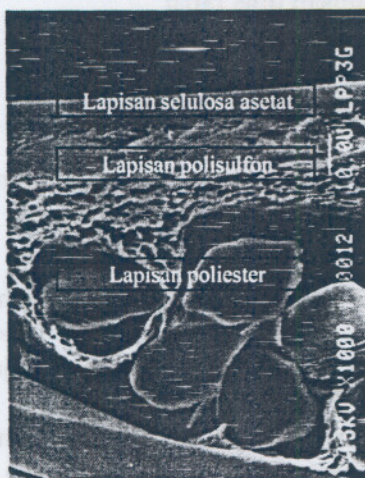
Pada penampang lintangnya tampak adanya lapisan berpori di atas lapisan pendukung yang berupa kain poliester. Di atas lapisan berpori juga tampak adanya lapisan tipis, yang merupakan lapisan aktif dari membran komposit ini. Lapisan tipis sangat menentukan sifat khas pemisahannya, sementara lapisan pendukung memberikan kekuatan mekanik terhadap tekanan.



Gambar 2. Permukaan membran

Selanjutnya penampang lintang membran dapat dilihat pada Gambar 3.





Gambar 3. Penampang lintang membran

Permeabilitas membran ditentukan dengan mengukur fluks air dan fluks larutan dekstran T-500 yang konsentrasinya 0,1%. Pengukuran ini dilakukan dengan cara ultrafiltrasi sistem *dead-end filtration* pada tekanan 2 atm. Hasil pengukuran fluks air dan fluks dekstran T-500 dihitung menggunakan Rumus (1).

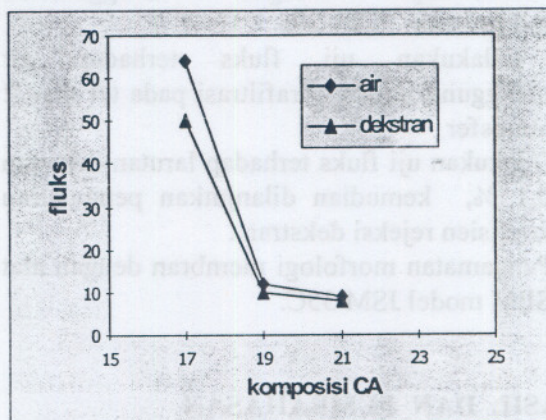
Tabel 1. Rata-rata fluks air dan dekstran T-500 membran komposit pada berbagai komposisi selulosa asetat

Membran	Fluks air ( $L \cdot m^{-2} \cdot h^{-1} \cdot atm^{-1}$ )	Fluks dekstran T-500 ( $L \cdot m^{-2} \cdot h^{-1} \cdot atm^{-1}$ )
K.17	$64,35 \pm 11,66$	$49,96 \pm 9,18$
K.19	$11,94 \pm 1,84$	$9,67 \pm 0,60$
K.21	$9,32 \pm 2,59$	$8,05 \pm 1,80$

Menurut Mulder (1996) membran ultrafiltrasi mempunyai rentangan tekanan operasional pada 1,0 - 5,0 bar, dengan fluks air antara 10 - 50  $L \cdot m^{-2} \cdot h^{-1} \cdot bar^{-1}$ . Dengan demikian dari Tabel 1., dapat dikatakan bahwa fluks air dan fluks dekstran T-500 menunjukkan harga yang memenuhi syarat sebagai membran ultrafiltrasi, khususnya untuk membran K-19. Untuk membran K-21, fluksnya lebih kecil, karena ukuran pori yang terlalu rapat, sehingga perlu tekanan yang lebih besar sebagai daya

dorong untuk mengalirkan spesi melewati membran.

Perbedaan konsentrasi selulosa asetat sebagai lapisan rapat mempengaruhi fluks membran. Semakin tinggi



Gambar 4. Pengaruh konsentrasi CA terhadap fluks membran

konsentrasi selulosa asetat akan menurunkan fluks air maupun fluks dekstran dari setiap membran. Hal ini menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi selulosa asetat akan memberikan ukuran pori yang makin rapat pada permukaan sehingga akan menurunkan kecepatan aliran yang melalui pori-pori membran.

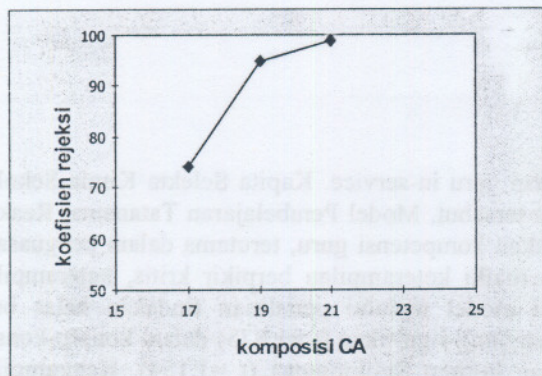
Permselektivitas dinyatakan sebagai koefisien rejeksi, dilambangkan dengan  $R$ , yaitu fraksi konsentrasi zat yang tertahan oleh membran. Besarnya koefisien rejeksi dihitung dengan menggunakan Rumus (2).

Tabel 2. Rata-rata koefisien rejeksi dekstran membran komposit pada berbagai komposisi selulosa asetat

Jenis membran	Koefisien rejeksi dekstran T-500 (%)
K-17	$74,49 \pm 13,30$
K-19	$95,36 \pm 1,65$
K-21	$98,95 \pm 0,15$



Dari Tabel 2. di atas, secara umum dapat dikatakan bahwa semakin tinggi konsentrasi selulosa asetat, membran akan memberikan koefisien rejeksi yang juga makin tinggi. Hal ini disebabkan karena makin tinggi konsentrasi selulosa asetat menyebabkan pori-porinya makin rapat, sehingga makin banyak molekul dekstran yang tertahan, akibatnya koefisien rejeksi-sinya juga makin tinggi.



Gambar 5. Pengaruh konsentrasi CA terhadap permselektivitas

## SIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah, maka dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Telah berhasil dibuat jenis membran komposit berpendukung, dengan menggunakan pendukung kain poliester, polisulfon sebagai lapisan berpori dan selulosa asetat sebagai lapisan aktif.
2. Pemakaian membran ini secara proses ultrafiltrasi pada tekanan 2 atmosfer menunjukkan kinerja yang sangat baik, terutama untuk membran K-19.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada pengelola Dana DIKS atas bantuan dana yang diberikan, dan juga kepada Dr. Cynthia L. Radiman atas fasilitas yang disediakan selama melakukan penelitian di Laboratorium Membran Jurusan Kimia FMIPA ITB.

## DAFTAR PUSTAKA

- Kutowy, O and S. Sourirajan. (1975). Cellulose acetate ultrafiltration membranes. *Journal of Applied Polymers Science*. 19. 1449- 1460.
- Mulder, Marcel. (1996). *Basic Principle of Membrane Technology*. Amsterdam : Kluwer.
- Wang, Y. et. al. (1994). Effect of pretreatments on morphology and performance of cellulose acetate membranes. *Desalination*. 95. 155- 169.
- Kesting. (1984). *Sinthetic Polymeric Membrane*. New York : John Wiley & Sons.
- Heru Pratomo. (2001). Pembuatan dan Karakterisasi Membran Komposit Polisulfon Selulosa Asetat untuk Proses Ultrafiltrasi. *Laporan Penelitian tidak diterbitkan*. Yogyakarta : FMIPA UNY.
- Riley, R.L., H.K. Lonsdale and C.R. Lyons. (1971). Composite membranes for seawater desalination by reverse osmosis. *Journal of Applied Polymers Science*. 15. 1267 – 1276
- Zendy, Corina (1997). Pengaruh Lapisan Pendukung Polyester Terhadap Karakteristik Membran Sellulosa Asetat. *Skripsi Tidak Diterbitkan*. Bandung : Institut Teknologi Bandung.